

特開平11-322877

(43)公開日 平成11年(1999)11月26日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>  
 C08G 18/10  
 18/00  
 18/32  
 C08J 9/32  
 C08K 7/22

識別記号

F I  
 C08G 18/10  
 18/00  
 18/32  
 C08J 9/32  
 C08K 7/22

H  
F

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平10-128717

(22)出願日 平成10年(1998)5月12日

(71)出願人 000002886  
 大日本インキ化学工業株式会社  
 東京都板橋区坂下3丁目35番58号  
 (72)発明者 桝本 雅也  
 大阪府泉大津市東助松町3-3-31  
 (72)発明者 山本 二三男  
 大阪府岸和田市加守町4-31-21-509  
 (72)発明者 西村 勝英  
 大阪府和泉市いぶき野5-3-5-601  
 (74)代理人 弁理士 高橋 勝利

(54)【発明の名称】微細泡含有成形物の製造方法及び微細泡含有成形物用ウレタン樹脂組成物

## (57)【要約】

【課題】 本発明は、半導体基板上の配線形成面を効率良く、且つ高精度に平坦化でき、研磨効率及び研磨面の平坦性がロット間でブレのない研磨パッドを得るために微細泡含有ウレタン成形物の製造方法を目的とする。

【解決手段】 本発明は、イソシアネート末端プレポリマー(a)と活性水素含有化合物(b)の2液を混合攪拌するに際し、発泡因子として未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)をイソシアネート末端プレポリマー(a)または活性水素含有化合物(b)の少なくとも一方にあらかじめ添加混合しておき、2液反応硬化の際に放出される反応熱及び外部からの加熱によって未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)をウレタン成形物中で微発泡させ、成形物中に加熱膨張した微小中空球体(c)を含有させることを特徴とする微細泡含有ウレタン成形物の製造方法を提供する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 イソシアネート末端プレポリマー(a)と活性水素含有化合物(b)の2液を混合攪拌するに際し、発泡因子として未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)をイソシアネート末端プレポリマー(a)または活性水素含有化合物(b)の少なくとも一方にあらかじめ添加混合しておき、2液反応硬化の際に放出される反応熱及び外部からの加熱によって未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)をウレタン成形物中で微発泡させ、成形物中に加熱膨張した微小中空球体(c)を含有させることを特徴とする微細泡含有ウレタン成形物の製造方法。

【請求項2】 活性水素含有化合物(b)が、ポリオールと液状ポリアミンの混合物であり、常温液状であることを特徴とする請求項1に記載の微細泡含有ウレタン成形物の製造方法。

【請求項3】 活性水素含有化合物(b)が、常温液状のビス-(アルキルチオ)芳香族ジアミンであることを特徴とする請求項1に記載の微細泡含有ウレタン成形物の製造方法。

【請求項4】 未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)が、中空部に低沸点炭化水素を内包し、殻部分がアクリロニトリル-塩化ビニリデン共重合体またはアクリロニトリル-メチルメタクリレート共重合体で構成される微小中空球体で、加熱膨張開始温度が70~120℃の範囲に有ることを特徴とする請求項1に記載の微細泡含有ウレタン成形物の製造方法。

【請求項5】 イソシアネート末端プレポリマー(a)、活性水素含有化合物(b)、及び未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)より構成され、熱によって加熱膨張性微小中空球体(c)を発泡させることを特徴とする微細泡含有成形物用ウレタン樹脂組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、ロット間での研磨特性ぶれがなく、研磨特性に優れ、且つ高精度の平坦性有する研磨パッド用微細泡含有ウレタン成形物の製造方法及びその樹脂組成物に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、急速に半導体素子が高集積化したのに伴い、配線パターンの緻密化が進み、パターンを転写する際の露光技術の改良のみではカバーできなくなってきた。また、高積層化も半導体基板表面の凹凸を増幅させるため、緻密な配線描写を難しくしており、基板表面を平坦化する技術の必要性が増している。従来の平坦化方法としては、リフロー法やSOG(SPIN ON GLASS)等の塗布法、またはエッチバック法があるが、これらは、広い領域にわたって平坦化することが困難という欠点がある。そこで、最近、半導体基板であるウエハ表面を化学的な作用と機械的な作用を組み合わせた研磨方法、CMP(Chemical Mechanical Polishing)法が採用

されている。

【0003】 CMP用研磨装置は、主にプラテン、ウエハキャリア、研磨スラリー供給口、ダイヤモンドドレッサーより構成されている。プラテン上に研磨パッド、ウエハキャリアに半導体基板を設置する。CMP法による研磨は、研磨パッド上でウエハキャリアに荷重をかけると同時に、プラテンが回転運動し、さらに研磨スラリーを研磨パッド上に連続供給して、研磨スラリーを介して研磨パッドと半導体基板が接触することで行われる。このとき、研磨パッドはダイヤモンドドレッサーでコンディショニングすることで研磨屑を除去、それと同時に表面に毛羽立ちを与え、常に新しい研磨面を供給できる機構になっている。研磨スラリーは一般的に、コロイダルシリカを10~20%程度含み、KOHまたはNH<sub>4</sub>O<sub>H</sub>等によりpH=10~11程度に調整したものを用い、シリカ粒子が機械的な作用、アルカリ溶液が化学的な作用を施す。

【0004】 上記CMP法に使用される研磨パッドは不織布にポリウレタンを含浸させた多孔質不織布タイプや発泡ポリウレタンからなる発泡タイプがある。何れも、表面にポアを持つ構造となっており、供給した研磨スラリーを保持する機能を備えている。

【0005】 しかし、例えば特開昭64-058475号公報や特開平2-250776号公報に記載されているような不織布タイプは、ポリウレタン/DMF溶液を不織布に含浸させた後、温式硬化する方法によって製造されている。この製法によって得られた研磨パッドは、研磨時に半導体基板との接触性が良く、研磨スラリーの保持性も良好であるが、表面硬度不足のため圧縮変形がおきやすく半導体基板の平坦性に劣る欠点がある。

【0006】 一方、特表平8-500622号公報に記載されているような発泡タイプは、イソシアネート末端プレポリマーと3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミノジフェニルメタンとを混合攪拌し、反応硬化する際に、膨張済の微小中空球体を同時に添加混合する樹脂組成物より構成され、成形したインゴットを1.5mmにスライスする方法によって製造されている。この製法によって得られた研磨パッドは、表面硬度がショアD55程度と高いため、不織布タイプに比べ圧縮変形がおきにくく、研磨速度及び平坦性共に良好である。

【0007】 しかし、膨張済微小中空球体はイソシアネート末端プレポリマーと混合した際に粘度が極めて高く、3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミノジフェニルメタンと混合攪拌する際に泡かみがおこりやすく成形物中にエアーポイドが発生し易い。また、膨張済微小中空球体は比重が0.042±0.004とイソシアネート末端プレポリマーと比重差が大きいため、これらをブレンドしたコンパウンドは分離し易く、膨張済微小中空球体の分散状態は不安定である。

【0008】 よって、例えば2液成分系成形機による微

3  
細泡含有ウレタン成形を実施した場合、ヘッドより吐出する注入液は配合ブレが起こりやすいので、バッチ生産方式を選択せざるをえず、生産性が向上しない。さらに、前記コンパウンドと3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタンとを混合攪拌した注入液を金型内に注入し成形する際、樹脂が硬化するまでの間に、膨張済微小中空球体が浮上し、上面方向に偏在する。従って、成形物を水平方向にスライスして得た研磨パッドは上面付近と下面付近では密度差や硬度差が生じるため、材質が安定せず、研磨パッドのロット間による研磨特性のブレが大きい問題があった。

## 【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、コンパウンド中の微小中空球体の分散状態安定化により2液成分系成形機による微細泡含有ウレタン成形を可能にし、生産性を向上することと、成形物のセルサイズ及びセルの分散状態を均一化することによって、研磨パッドの材質を安定化し、研磨パッドのロット間による研磨特性のブレの解消、さらに、研磨特性を向上させることにある。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、これらの目的を達成するために鋭意研究した結果、特定の加熱膨張性微小中空球体を含有する微細泡含有ウレタン成形物の製造方法を見い出し、本発明を完成するに至った。

【0011】即ち、本発明は、イソシアネート末端プレポリマー(a)と活性水素含有化合物(b)の2液を混合攪拌するに際し、発泡因子として未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)をイソシアネート末端プレポリマー(a)または活性水素含有化合物(b)の少なくとも一方にあらかじめ添加混合しておき、2液反応硬化の際に放出される反応熱及び外部からの加熱によって未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)をウレタン成形物中で微発泡させ、成形物中に加熱膨張性した微小中空球体(c)を含有させることを特徴とする微細泡含有ウレタン成形物の製造方法、好ましくは活性水素含有化合物(b)が、ポリオールと液状ポリアミンの混合物であり、常温液状であること、好ましくは活性水素含有化合物(b)が、常温液状のビス-(アルキルチオ)芳香族ジアミンであること、好ましくは未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)が、中空部に低沸点炭化水素を内包し、殻部分がアクリロニトリル-塩化ビニリデン共重合体またはアクリロニトリル-メチルメタクリレート共重合体で構成される微小中空球体で、加熱膨張開始温度が70～120℃の範囲に有ること、好ましくはイソシアネート末端プレポリマー(a)、活性水素含有化合物(b)、及び未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)より構成され、熱によって加熱膨張性微小中空球体(c)を発泡させることを特徴とする微細泡含有成形物用ウレタン樹脂組成物を提供する。

## 【0012】

【発明の実施の形態】本発明に使用するイソシアネート末端プレポリマー(a)とは、ジイソシアネート(a-1)とポリオール(a-2)及び鎖伸長剤(a-3)の反応物である。

【0013】ジイソシアネート(a-1)とは、2, 4-トリレンジイソシアネートを主に使用するが、これ以外のジイソシアネートを本発明の効果を損なわない範囲で併用することも可能で、その例としては2, 6-トリレンジイソシアネート、4, 4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、ナフタレン-1, 5-ジイソシアネート、トリジンジイソシアネート、パラフェニレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、水添化トリレンジイソシアネート、水添化ジフェニルメタンジイソシアネート等の化合物を挙げることができるが、これに限るものではない。

【0014】ポリオール(a-2)としては、例えばポリ(オキシテトラメチレン)グリコール、ポリ(オキシプロピレン)グリコール等のポリエーテルポリオール、ポリカーボネートポリオール、ポリエステルポリオール等が利用できる。

【0015】鎖伸長剤(a-3)としては、短鎖グリコールを使用し、例えばエチレングリコール、1, 2-プロピレングリコール、1, 3-プロピレングリコール、1, 2-ブタンジオール、1, 3-ブタンジオール、2-メチル-1, 3-ブロバンジオール、1, 4-ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、1, 5-ペンタンジオール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール、1, 6-ヘキサンジオール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール等が利用できる。

【0016】活性水素含有化合物(b)としては、例えば3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、クロロアニリン変性ジクロロジアミノジフェニルメタン、3, 5-ビス(メチルチオ)-2, 4-トルエンジアミン、3, 5-ビス(メチルチオ)-2, 6-トルエンジアミン等のジアミン類のうち少なくとも1つを主に使用する。これらジアミン類は、イソシアネート末端プレポリマー(a)の架橋剤として働く。これらジアミン類は、単独でも使用可能であるが、必要に応じてポリ(オキシテトラメチレン)グリコール、ポリ(オキシプロピレン)グリコール等のポリエーテルポリオール、ポリカーボネートポリオール、ポリエステルポリオール等と併用することも可能である。アミンと併用するポリオールの分子量は低分子量のものが適しており、特に分子量500～1000の範囲にあるポリ(オキシテトラメチレン)グリコールが好ましい。

【0017】未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)とは、好ましくは中空部に低沸点炭化水素を内包し、殻部分が熱可塑性樹脂で構成される微小中空球体で、殻を形成する熱可塑性樹脂の軟化温度は、内包した低沸点炭化水素の沸点よりも高温であることが好ましい。従って、殻の熱可塑性樹脂の軟化温度以上の熱が加えられると、

5  
熱可塑性樹脂の軟化及び低沸点炭化水素の体積膨張が同時に起こり、微小中空球体が膨張する性質を有する。その軟化温度は、好ましくは70～120℃、より好ましくは80～110℃の範囲である。

【0018】未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)の粒径は、好ましくは5～30μmである。このように未発泡時小さいため、利点として、イソシアネート末端プレポリマー(A)との混合した時のコンパウンドの粘度は低く抑えることができ、活性水素含有化合物との混合攪拌の際の泡かみによって発生するエアーボイドを解消することができる。この微小中空球体(c)は2液反応硬化の際に発泡するが、発泡後は好ましくは粒径10～100μmの範囲で成形物中に微小泡として存在する。

【0019】又、未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)の真比重は、好ましくは1.0～1.1であり、この範囲を取ることはイソシアネート末端プレポリマーの比重に近いため、混合時分離の心配がなく良好な分散状態を保持できる。このため、2液成分系成形機を使用した場合においても、ヘッドから吐出するコンパウンドの配合は一定であり、成形物は安定な材質のものができる。即ち、2液成分系成形機での成形が可能であるため、生産効率が格段に向上できる。

【0020】未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)の殻部を構成する熱可塑性樹脂としては、好ましくはアクリロニトリル-塩化ビニリデン共重合体またはアクリロニトリル-メチルメタクリレート共重合体で構成される。

【0021】また、該中空体(c)の中空部に存する低沸点炭化水素としては、好ましくは、例えば、イソブタン、ペンタン、イソペンタン、石油エーテル等が挙げられる。この未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)は、主に、イソシアネート末端プレポリマー(a)と活性水素含有化合物(b)とを混合攪拌し反応硬化する際に放出される反応熱によって発泡するものである。

【0022】2液反応硬化過程での発熱温度は、微小中空球体(c)が発泡可能な粘度範囲で最高115～125℃である。従って、未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)の加熱膨張開始温度は、好ましくは70～120℃の範囲にあることが適している。特に好ましくは、80～110℃の範囲であり、この範囲にあることがより均一な微細泡含有ウレタン成形物を得ることができる。

【0023】未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)の配合量は、イソシアネート末端プレポリマー(a)または活性水素含有化合物(b)の少なくとも一方にあらかじめ添加混合した際に、液の流動性を失わない範囲で添加可能である。即ち、未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)の配合量は、イソシアネート末端プレポリマー(a)または活性水素含有化合物(b)100重量部に対し、0.1～1.0重量部の範囲にあることがより好ましい。特に好ましくは2～5重量部の範囲であり、この範囲で使用すると比較的低粘度域で取り扱うことができ、しかも微細泡

を密に含有するウレタン成形物が得られるため好ましい。

【0024】本発明の製造方法では、未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)をイソシアネート末端プレポリマー(a)または活性水素含有化合物(b)の少なくとも一方にあらかじめ添加混合して2液成分系成形機で製造される。2液成分系成形機で硬化反応を行う際の2液配合比率は、イソシアネート末端プレポリマー(a)のイソシアネート基と活性水素含有化合物(b)中のジアミン類のアミノ基のモル比によって決定される。その比率は、 $\text{NH}_2/\text{NCO} = 0.7 \sim 1.2$ の範囲にあることが好ましい。特に $\text{NH}_2/\text{NCO}$ が $0.8 \sim 1.0$ の範囲にあることが好ましい。活性水素含有化合物(b)が、ジアミン類とポリオール類との混合物である場合は、イソシアネート末端プレポリマー(a)のイソシアネート基と活性水素含有化合物(b)中のポリオールの水酸基が、1:1で反応したと仮定した場合の過剰イソシアネート基と活性水素含有化合物(b)中のジアミン類のアミノ基のモル比によって決定し、その比率は、上記 $\text{NH}_2/\text{NCO}$ 比率と同様であることが好ましい。

【0025】2液成分系成形機で硬化反応を行う際のイソシアネート末端プレポリマー(a)成分及び活性水素含有化合物(b)成分の温度範囲は、2液型成形機のライン中を循環するのに支障をきたさない程度の液流動性を確保でき、しかも、2液混合後は未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)が、充分に発泡可能な発熱挙動及び増粘挙動のバランスを備える反応性であることが必須である。具体的には、イソシアネート末端プレポリマー(a)成分は、60～90℃の温度範囲に保温されることが好ましく、特に70～80℃の温度範囲で使用することが好ましい。

【0026】また、活性水素含有化合物(b)成分は、例えばジアミン類が常温固体の3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミノジフェニルメタンの場合は110～120℃の温度範囲に、常温液状のジアミン類及びジアミン類とポリオールの混合物は25～70℃の温度範囲で使用することが好ましい。さらに、イソシアネート末端プレポリマー(a)及び活性水素含有化合物(b)は、未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)を添加混合した系においては未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)の膨張開始温度未満の温度設定で使用しなければならない。

【0027】2液成分系成形機のヘッドより吐出した(a)+(b)+(c)成分からなる2液混合液は金型内に注入し、型締めを行う。このとき、未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)は、主に2液硬化反応の際に放出される反応熱によって膨張するが外部からの加熱によっても膨張する。金型温度が90℃未満の低温の場合、金型に接触している部分の樹脂は熱を奪われるため、発泡斑が発生する。また、金型温度が120℃を越える高温の場合、金型に接触している部分での微小中空球体の膨張が速す

7  
ぎるため、発泡斑が発生する要因となる。従って、成形する際の金型温度は90～120℃の範囲にあることが適しており、理想的には2液混合液の発熱挙動に添って90～120℃に昇温することが好ましい。

【0028】未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)は、イソシアネート末端プレポリマーにあらかじめ添加混合するよりも活性水素含有化合物(b)中に分散させた方が良い。例えば、常温液状の3,5-ビス(メチルチオ)-2,4-トルエンジアミン、3,5-ビス(メチルチオ)-2,6-トルエンジアミンや、クロロアニリン変性ジクロロジアミノジフェニルメタンとポリ(オキシテトラメチレン)グリコール、ポリ(オキシプロピレン)グリコール等のポリエーテルポリオール、ポリカーボネートポリオール、ポリエステルポリオール等との混合物を使用した場合、所定量の一部もしくは全部を分散することが可能である。未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)は、極性の高いイソシアネート末端プレポリマー(a)に分散するよりも、活性水素化含有化合物(b)に分散して使用した方が好ましく、コンパウンドの保存安定性が格段に向上升する。

【0029】未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)は、2液反応硬化過程での反応熱及び外部からの加熱によって発泡するのに伴い比重が変化するが、該微小中空球体(c)は周りが増粘する系の中にあり、その比重変化は徐々に起こるため、成形物内で微小中空球体(c)の偏在することはなく、良好な分散状態が保持される。また、未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)の発泡開始温度は、系内の温度に対し敏感に反応するため各微小中空球体(c)の発泡度合いは同様であり、成形物中の微小中空球体のサイズ、即ちセルサイズは均一となる。

【0030】従って、本発明で得られる微細泡含有ウレタン成形物は、平板状成形物であり、材質が安定である為、厚みに対し水平方向にスライスして薄板状の研磨パッド用材料を製造する。これを用いればどのロットにおいても密度差及び硬度差がない研磨パッドを得ることができる。本発明で得られるスライスされた薄板状研磨パッド用材料の表面に溝を付けたり、裏面を不織布等の柔軟生多孔質シートでパッキングすることで研磨パッドとして使用される。

【0031】本発明の製造方法では、成形サイズが縦:1000mm×横:1000mm×厚み50mmまでの範囲で微細泡含有成形物の成形が可能である。得られる微細泡含有成形物の密度は、好ましくは0.5～1.0g/cm<sup>3</sup>であり、研磨パッドとして使用するには0.7～0.9g/cm<sup>3</sup>の範囲にあることが好ましい。また、微細泡含有成形物の硬度は、使用するイソシアネート末端プレポリマー(a)、活性水素含有化合物(b)及び未発泡の加熱膨張性微小中空球体(c)の種類、添加量によって変動するが、好ましくは(ショアD)=4.0～6.5の範囲にあり、特に(ショアD)=5.0～6.0の範囲に

あることが好ましい。

【0032】次に、実施例及び比較例をあげて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。実施例及び比較例の部は、特記しないかぎり重量部を表す。

【0033】〈研磨特性評価方法〉

#### 研磨速度

研磨試験を1分間行い、試験前後の被研磨物の厚みを測定する。測定位置は研磨面内に50箇所、あらかじめ決定しておく。測定位置50箇所の研磨試験前後の厚み差の平均値を算出し、研磨パッド1枚分の研磨速度とする。

【0034】同一微細泡含有ウレタン成形物よりスライスした研磨パッド10枚分の研磨速度の平均値A及び分散値BをA±Bで表記し、研磨特性とロット間プレを評価する。Aは研磨特性に関する数値が大きいほど研磨効率が優れていることを示している。Bはロット間プレに関する数値が小さいほど研磨特性が安定していることを示す。

【0035】(平坦性) 研磨試験を1分間行い、試験前後の被研磨物の厚みを測定する。測定位置は研磨面内に50箇所、あらかじめ決定しておく。測定位置50箇所の研磨試験前後の厚み差の最大値(MAX)、最小値(min)及び平均値(Ave)から、次式により算出し、研磨パッド1枚分の平坦性とする。

【0036】

$$(平坦性) = 100 \times (MAX - min) / Ave$$

同一微細泡含有ウレタン成形物よりスライスした研磨パッド10枚分の平坦性値の平均値C及び分散値DをC±Dで表記し、研磨特性とロット間プレを評価する。Cは研磨特性に関する数値が小さいほど研磨面の平坦性が優れていることを示している。Dはロット間プレに関する数値が小さいほど研磨特性が安定していることを示す。

【0037】(比較例) イソシアネート末端プレポリマーA(TDI/PTMG/DEG系、NCOeq=5.00)を1000部にEXPANCEL-51DE(膨張済タイプ-マイクロスフェア、エクスパンセル社製)23部を添加混合したコンパウンドを70℃に、M

40 BOCA 238部を120℃にそれぞれ加熱した。これら2液を混合した樹脂を型温100℃の金型へ注入後、オープン中で30分間110℃に加熱・一次硬化した。インゴットを脱型後、120℃で5時間二次硬化した。インゴットは25℃まで放冷した後に、1.5mmの厚みにスライスし、研磨パッドを作製した。

【0038】上記方法により製造した研磨パッド10枚を研磨装置に装着し、SiO<sub>2</sub>膜の研磨特性を測定した。ウエハー荷重を5.0psi、プラテン回転数を280rpm、研磨時間を60秒の研磨条件で研磨試験を行った結果、研磨速度は1860±70 /分、平坦性は1.0±5%である。

【0039】(実施例1)イソシアネート末端プレポリマーAを1000部にマツモトマイクロスフェアF-301D(未発泡タイプマイクロスフェア、松本油脂製薬(株)製)40部を添加混合したコンパウンドとMBOCA 238部をそれぞれエラストマー注型機のA液タンク及びB液タンクに仕込む。A液系は70℃、B液系は120℃で運転し、ミキシングヘッドで2液混合した樹脂を型温100℃の金型へ注入後、型締めをし、オープン中で30分間110℃に加熱・一次硬化した。インゴットを脱型後、120℃で5時間二次硬化した。インゴットは25℃まで放冷した後に、1.5mmの厚みにスライスし、研磨パッドを作製した。

【0040】上記方法により製造した研磨パッド10枚を研磨装置に装着し、SiO<sub>2</sub>膜の研磨特性を測定した。ウエハー荷重を5.0psi、プラテン回転数を280rpm、研磨時間を60秒の研磨条件で研磨試験を行った結果、研磨速度は1900±30 /分、平坦性は7±2%であった。

【0041】(実施例2)イソシアネート末端プレポリマーAを1000部とエタキュア-300(BMTTDA、エチルコーポレーション製)188部にマツモトマイクロスフェアF-301D 38部を添加混合したコンパウンドをそれぞれエラストマー注型機のA液タンク及びB液タンクに仕込む。A液系は80℃、B液系は50℃で運転し、ミキシングヘッドで2液混合した樹脂を型温100℃の金型へ注入後、型締めをし、オープン中で30分間110℃に加熱・一次硬化した。インゴットを脱型後、120℃で5時間二次硬化した。インゴットは25℃まで放冷した後に、1.5mmの厚みにスライスし、研磨パッドを作製した。

【0042】上記方法により製造した研磨パッド10枚を研磨装置に装着し、SiO<sub>2</sub>膜の研磨特性を測定した。ウエハー荷重を5.0psi、プラテン回転数を280rpm、研磨時間を60秒の研磨条件で研磨試験を行った結果、研磨速度は1880±20 /分、平坦性は5±1%であった。

【0043】(実施例3)イソシアネート末端プレポリマーB(TDI/PTMG/DEG系、NCOeq=400)を1000部とエタキュア-300/PTMG-Mw650の1:1混合物334部にマツモトマイクロスフェアF-301D 45部を添加混合したコンパウンドをそれぞれエラストマー注型機のA液タンク及びB液タンクに仕込む。A液系は80℃、B液系は50℃で運転し、ミキシングヘッドで2液混合した樹脂を型温100℃の金型へ注入後、型締めをし、オープン中で

30分間110℃に加熱・一次硬化した。インゴットを脱型後、120℃で5時間二次硬化した。インゴットは25℃まで放冷した後に、1.5mmの厚みにスライスし、研磨パッドを作製した。

【0044】上記方法により製造した研磨パッド10枚を研磨装置に装着し、SiO<sub>2</sub>膜の研磨特性を測定した。ウエハー荷重を5.0psi、プラテン回転数を280rpm、研磨時間を60秒の研磨条件で研磨試験を行った結果、研磨速度は1900±30 /分、平坦性は7±2%であった。

【0045】(実施例4)イソシアネート末端プレポリマーBを1000部とアニリン変性MBOCA/PTMG-Mw650の1:1混合物432部にマツモトマイクロスフェアF-301D 47部を添加混合したコンパウンドをそれぞれエラストマー注型機のA液タンク及びB液タンクに仕込む。A液系は80℃、B液系は50℃で運転し、ミキシングヘッドで2液混合した樹脂を型温100℃の金型へ注入後、型締めをし、オープン中で30分間110℃に加熱・一次硬化した。インゴットを脱型後、120℃で5時間二次硬化した。インゴットは25℃まで放冷した後に、1.5mmの厚みにスライスし、研磨パッドを作製した。

【0046】上記方法により製造した研磨パッド10枚を研磨装置に装着し、SiO<sub>2</sub>膜の研磨特性を測定した。ウエハー荷重を5.0psi、プラテン回転数を280rpm、研磨時間を60秒の研磨条件で研磨試験を行った結果、研磨速度は1910±25 /分、平坦性は6±2%であった。

【0047】用いた化合物は略号を用いて示していたが略号と化合物の関係は以下の通りである。

【略号】

30	TDI	:	トリレンジイソシアネート
	PTMG	:	ポリ(オキシトライメチレン)グリコール
	DEG	:	ジエチレングリコール
	MBOCA	:	3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミノジフェニルメタン
	BMTTDA	:	ビス(メチルオキシ)トルエンジアミン
	アニリン変性MBOCA	:	クロロアニリン変性ジクロロジアミノジフェニルメタン

【0048】

【発明の効果】本発明の製造方法及び樹脂組成物によって成形した微細泡含有ウレタン成形物は、セルが均一に分散し、且つセルサイズが均一なため、材質が安定している。従って、この微細泡含有ウレタン成形物を水平方向にスライスして製造した研磨パッドは、平坦性、研磨特性に優れ、上面付近と下面付近で密度差及び硬度差がなく、研磨パッドのロット間による研磨特性のブレを大幅に改善できた。

フロントページの続き

(51) Int.Cl.<sup>6</sup> 識別記号  
C 0 8 L 33/20  
75/04  
//(C 0 8 G 18/10  
101:00)

F I  
C 0 8 L 33/20  
75/04